

SERVICES D'ACCREDITATION

**Exigences et lignes directrices –
Accréditation des laboratoires
d'analyse minérale**

2021-03-19

Le Conseil canadien des normes
55, rue Metcalfe, bureau 600
Ottawa (Ontario) K1P 6L5

Téléphone : + 1 613 238 3222
Télécopieur : + 1 613 569 7808
accreditation@ccn.ca
www.ccn.ca

Autorisation de reproduction

À moins d'indication contraire, l'information contenue dans la présente publication peut être reproduite, en partie ou en entier et par quelque moyen que ce soit, sans frais et sans autorisation supplémentaire du Conseil canadien des normes, pourvu que toutes les précautions raisonnables soient prises pour assurer l'exactitude de l'information reproduite; que le Conseil canadien des normes soit mentionné comme en étant la source; et que la reproduction ne soit présentée ni comme une version officielle ni comme une version ayant été faite en association avec le Conseil canadien des normes ou avec son aval.

Pour obtenir l'autorisation de reproduire l'information contenue dans cette publication à des fins commerciales, écrire à l'adresse info@ccn.ca.

© 2021, Conseil canadien des normes

Also available in English under the title *SCC Requirements and Guidance for the Accreditation of Mineral Analysis Testing Laboratories*.

Table des matières

Introduction	4
1. Champ d'application	5
2. Références normatives	5
3. Définitions	6
4. Exigences générales	6
5. Exigences structurelles	6
6. Exigences relatives aux ressources	7
6.3 Installations et conditions ambiantes	7
7. Exigences relatives aux processus	7
7.1 Revue des demandes, appels d'offres et contrats	7
7.3 Échantillonnage	7
7.5 Enregistrements techniques	7
7.7 Assurer la validité des résultats	8
8. Exigences relatives aux système de management	8
9. Préparation physique des échantillons dans les laboratoires d'analyse minérale	8
9.1 Critères généraux d'évaluation de la réduction des échantillons	8
9.2 Documentation requise	9
9.3 Critères spécifiques d'évaluation d'échantillons hors site	10
9.4 Non-respect des critères spécifiques d'évaluation d'échantillons hors site	11
9.5 Portée et rapports d'essais	11
10. Références informatives	11

Introduction

Les exigences générales relatives à la compétence des laboratoires d'essais et d'étalonnages sont décrites dans ISO/IEC 17025:2017. Elles sont conçues pour s'appliquer à tous les types d'étalonnages et d'essais objectifs et doivent donc être interprétées en fonction du type d'étalonnage et d'essai considéré et des techniques utilisées. Les documents d'exigences et de lignes directrices du Conseil canadien des normes (CCN) s'appliquent également.

Le présent document du Domaine de spécialité de programme – Analyse minérale (DSP-AM) précise et interprète les exigences d'ISO/IEC 17025:2017, et il contient des exigences additionnelles à l'intention des laboratoires d'analyse minérale. Lorsqu'il ne donne pas de précisions ni d'interprétations et qu'il n'énonce pas d'exigences supplémentaires pour les éléments de la norme, les pratiques scientifiques exemplaires dans le domaine de l'analyse minérale sont censées orienter le processus d'évaluation.

Le programme vise à assurer la conformité des laboratoires d'analyse minérale aux normes minimales de qualité et de fiabilité et à garantir un niveau uniforme de compétence chez ces laboratoires. Le présent document énonce les exigences d'accréditation minimales que doivent respecter les laboratoires fournissant des services d'analyse minérale.

Ce document ne reprend pas toutes les dispositions d'ISO/IEC 17025:2017; on rappelle aux laboratoires qu'ils doivent se conformer à tous les critères pertinents contenus dans ISO/IEC 17025:2017 et dans l'édition la plus récente de l'Aperçu des programmes d'accréditation. Les numéros des clauses principales correspondent généralement à ceux d'ISO/IEC 17025:2017, mais comme il n'est pas nécessaire d'interpréter toutes les clauses, la numérotation n'est parfois pas continue. La section 9 est propre au présent document.

Pour obtenir une première accréditation du CCN dans le cadre du programme de DSP-AM, un laboratoire doit effectuer une batterie d'essais d'aptitude et subir une évaluation sur place effectuée par des spécialistes techniques, et réussir dans les deux cas. Les évaluations sont menées conformément aux protocoles d'évaluation normalisés du CCN décrits dans l'Aperçu des programmes d'accréditation.

On rappelle également aux laboratoires qu'ils doivent se conformer à toute exigence réglementaire ou législative qui s'applique au territoire sur lequel ils mènent leurs activités. En ce qui concerne les lois sur la santé et la sécurité, le respect de ces exigences nécessite habituellement la création d'un comité de santé et sécurité ou, si le laboratoire est de petite taille, la désignation d'un employé chargé de la sécurité générale, conformément à la section 5.5 d'ISO/IEC 17025:2017.

1. Champ d'application

Le programme DSP-AM à l'intention des laboratoires d'analyse minérale s'applique aux essais associés à la mesure de tous les supports utilisés dans le domaine de l'exploration et de l'exploitation minières, ce qui comprend notamment les sédiments, les roches, les minerais, les produits métalliques, les résidus miniers, d'autres échantillons minéraux, l'eau et la végétation. Cependant, il ne saurait couvrir tous les aspects de l'analyse minérale et doit donc être considéré comme étant représentatif de ce domaine d'activité. La portée décrite ci-dessous a été sélectionnée en raison de la demande sur le marché. Elle est susceptible d'être modifiée en fonction des besoins du marché et des exigences réglementaires.

2. Références normatives

Les référentiels listés ci-dessous sont indispensables à l'application du présent document. La dernière édition du référentiel (dans sa version modifiée) s'applique.

- ISO/IEC 17025, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais
- Aperçu des programmes d'accréditation du CCN
- Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires procédant à l'élaboration de méthodes d'essai et à la réalisation d'essais spéciaux
- APLAC TC 005 Interpretation and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing
- Exigences et lignes directrices du CCN – Essais d'aptitude des laboratoires d'essais, des laboratoires d'analyse et des laboratoires médicaux
- Exigences et lignes directrices du CCN – Étalonnages et traçabilité des mesures dans les laboratoires d'essais
- Exigences et lignes directrices du CCN – Validation des méthodes dans les laboratoires d'essais
- Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires d'essais
- ILAC P9:06/2014, ILAC Policy for Participation in Proficiency Testing Activities
- BIPM JCGM 200:2012, Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM). (2012). (JCGM 200:2008 avec corrections mineures) V J Barwick et E Prichard (éd.), Eurachem Guide: Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3 (2011). ISBN 978-0-948926-29-7

3. Définitions

Toutes les définitions d'ISO/IEC 17025:2017 et de la 3^e édition du VIM s'appliquent, de même que les définitions pertinentes d'ISO/IEC 17043 et d'ISO 9000.

Les scientifiques œuvrant dans des secteurs différents emploient souvent des termes différents pour désigner le même concept. Toutefois, si l'on veut que les analystes et les évaluateurs puissent se comprendre, il est essentiel d'utiliser une terminologie uniforme. Or, un terme a parfois plusieurs sens et usages. « Répéter », par exemple, peut avoir un sens large dans la vie courante, mais un sens spécialisé dans le contexte des laboratoires miniers. Cet exemple illustre bien pourquoi les laboratoires doivent définir clairement les termes et toujours les utiliser de la même façon. Le Guide Eurachem, *Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3*, 1^{re} édition, 2011, et les mémoires techniques sur la terminologie publiés par l'Analytical Methods Committee constituent d'excellentes sources pour ces définitions.

Pour les besoins du présent document, les définitions suivantes sont utilisées :

3.1 Échantillon de laboratoire

Matériau soumis par le client à un laboratoire d'essais ou à une installation hors site de préparation physique d'échantillons.

3.2 Échantillon d'essai

Échantillon préparé à partir d'un échantillon de laboratoire, duquel des parties sont extraites à des fins d'essai ou d'analyse.

NOTE : L'échantillon d'essai est le résultat final de la préparation physique, qui comprend la comminution, le fractionnement, le mélange et la manipulation. L'analyste extrait une partie de l'échantillon d'essai.

4. Exigences générales

Aucune exigence additionnelle.

5. Exigences structurelles

Aucune exigence additionnelle.

6. Exigences relatives aux ressources

ISO/IEC 17025:2017	Exigences du CCN
6.3 Installations et conditions ambiantes	
6.3.1	Le laboratoire doit avoir des procédures de surveillance, de contrôle et d'enregistrement des conditions ambiantes telles qu'un contrôle des poussières acceptables, en particulier dans la zone et les activités de comminution des échantillons.

7. Exigences relatives aux processus

ISO/IEC 17025:2017	Exigences du CCN
7.1 Revue des demandes, appels d'offres et contrats	
7.1.1	Conformément à la section 9, un laboratoire qui, dans le cadre de ses essais accrédités, communique des résultats d'essai sur un échantillon principal à partir d'échantillons « représentatifs » préparés ou de sous-échantillons reçus d'une installation hors site de préparation physique d'échantillons doit, dans les contrats qu'il passe avec ses clients, indiquer la taille maximale des particules de l'échantillon concassé et les critères de passage de l'échantillon pulvérisé.
7.3 Échantillonnage	
	<p>Le laboratoire doit surveiller la fiabilité de l'échantillonnage et du sous-échantillonnage afin que tout sous-échantillon prélevé (p. ex. d'un éclat de pierre concassée) soit représentatif de l'échantillon soumis à l'origine, d'une manière fiable et démontrable.</p> <p>Les informations mentionnées sur les contenants des échantillons doivent être conservées pendant la durée de vie de ces échantillons et être d'accès facile.</p> <p>Les exigences relatives aux enregistrements concernant la préparation physique des échantillons sont décrites dans la section 9.</p>
7.5 Enregistrements techniques	
7.5.1	L'enregistrement des calculs et des transferts de données doit indiquer la date à laquelle les vérifications ont été effectuées et le nom de la personne qui les a faites.

7.7 Assurer la validité des résultats

7.7.2	<p>Le laboratoire doit participer à un programme d'essais d'aptitude, suivant la disponibilité du programme et selon la hiérarchie ci-dessous. Tous les essais accrédités énumérés dans la portée d'accréditation du laboratoire doivent être effectués au moins une fois tous les six mois.</p> <ul style="list-style-type: none">• Fournisseur d'essais d'aptitude reconnu (accréditation ISO/IEC 17043)• Fournisseur approuvé d'une étude interlaboratoires sur le processus de certification d'un matériau de référence• Étude comparative interlaboratoires à laquelle participe au moins un laboratoire indépendant utilisant la même méthode• Étude intralaboratoire visant à comparer différentes méthodes ou techniques (ex. : spectroscopie à plasma à couplage inductif et spectrométrie d'absorption atomique) ou consistant en l'application de la même méthode au même échantillon par différents analystes• Étude de validation interne prouvant que la méthode est appropriée à l'emploi (ex. : récupération maximale, résultats à long terme des matériaux de référence certifiés [MRC]).
-------	--

8. Exigences relatives aux système de management

Aucune exigence additionnelle.

9. Préparation physique des échantillons dans les laboratoires d'analyse minérale

9.1 Critères généraux d'évaluation de la réduction des échantillons

Par « préparation physique d'échantillons », on entend le processus par lequel la taille des échantillons en gros ou des autres types d'échantillons est réduite afin d'obtenir un sous-échantillon approprié et représentatif. Ce processus peut avoir lieu sur place ou hors site.

Si le laboratoire analyse des sous-échantillons reçus d'une installation hors site de réduction d'échantillons, la clause 7.8.5 d'ISO/IEC 17025:2017 s'applique, c'est-à-dire qu'il doit produire, s'il y a lieu, une déclaration selon laquelle les résultats ne se rapportent qu'aux objets soumis à l'essai ou à l'étalonnage.

9.1.1 Le laboratoire doit conserver l'enregistrement de la masse de l'échantillon à sa réception et de la masse de l'échantillon d'essai après la préparation physique.

- 9.1.2 Lors de l'évaluation des processus de réduction des échantillons, le laboratoire doit démontrer ce qui suit à l'évaluateur :
- a. L'échantillon est concassé en particules d'une taille appropriée comme il est indiqué dans le contrat (p. ex., 90 % <10 mailles).
 - b. La pulpe est pulvérisée de façon à respecter les critères indiqués dans le contrat (p. ex., 90 % <150 mailles).
 - c. Les éléments a) et b) doivent être étayés par un enregistrement dûment tenu des essais de dépistage périodiques effectués sur les matériaux concassés ou pulvérisés à une fréquence définie, et des mesures prises si ou quand ces essais échouent régulièrement.
- 9.1.3 Tous les tamis d'usage courant ont été certifiés et sont correctement entretenus, vérifiés et nettoyés à des intervalles appropriés.
- 9.1.4 Les tamis sont des pièces d'équipement essentielles et doivent satisfaire aux exigences générales du document intitulé *Exigences et lignes directrices du CCN – Étalonnages et traçabilité des mesures dans les laboratoires d'essais*. Le laboratoire doit confirmer régulièrement que les tamis sont en bon état. Voici quelques façons de procéder à cette vérification :
- a. Utiliser des matériaux de référence certifiés (MRC);
 - b. Utiliser un « tamis de référence », qui est conservé aux fins de comparaison avec les tamis utilisés.

Les tamis dont la taille des trous est inférieure à 0,15 mm sont plus fragiles; il faut donc les vérifier plus souvent que les tamis dont les trous sont plus grands. Les tamis dont les trous font plus de 2 mm exigent moins de vérification; ils sont plus robustes et les bris sont habituellement visibles à l'œil nu.

9.2 Documentation requise

- 9.2.1 Le certificat de conformité du fabricant (p. ex., indiquant la conformité à la norme ISO 9001 et aux exigences de fabrication des normes ASTM E11 et ISO 565 3310-1).
- 9.2.2 Les enregistrements du laboratoire indiquant la « date à laquelle le tamis a été mis en service ». (Cette information pourrait être inscrite directement sur le certificat.)
- 9.2.3 Les enregistrements du laboratoire indiquant la « date à laquelle la tamis a été mis hors service ». (Cette information pourrait être inscrite directement sur le certificat.)
- 9.2.4 Le laboratoire a élaboré et mis en œuvre une ou plusieurs procédures d'utilisation et d'entretien des tamis dans la zone de préparation physique des échantillons qui respectent l'exigence suivante :
- 9.2.5 Les tamis sont nettoyés entre chaque échantillon, habituellement avec un tuyau à air, puis selon d'autres méthodes si le nettoyage à l'air ne suffit pas à éliminer l'échantillon.

- 9.2.6 Les tamis sont inspectés régulièrement pour vérifier s'ils sont endommagés, par exemple, pour détecter la présence de déchirures.
- 9.2.7 L'inscription de ces nettoyages dans le journal et les observations indiquant que le tamis n'est pas endommagé peuvent constituer des preuves de bon entretien.

9.3 Critères spécifiques d'évaluation d'échantillons hors site

Lorsque les échantillons sont réduits hors site, la méthode d'essai accréditée doit énoncer clairement que la « préparation physique des échantillons » englobe tous les processus, y compris les processus de réduction d'échantillon réalisés dans des installations de préparation physique d'échantillons hors site.

Lors de l'évaluation de la préparation hors site d'échantillons pour ces méthodes d'essai accréditées particulières, outre le respect des exigences mentionnées ci-dessus, le laboratoire doit démontrer ce qui suit à l'évaluateur :

fournir la preuve que l'installation hors site de préparation d'échantillons est sous le contrôle opérationnel du laboratoire;

fournir la preuve que les échantillons préparés dans une autre installation sont conformes aux spécifications contractuelles ou annoncées;

fournir la preuve que l'installation hors site de préparation d'échantillons relève du système de management de la qualité du laboratoire et, notamment, qu'elle fait partie intégrante des processus d'audit interne;

fournir, sur demande, toute autre documentation ou tout autre enregistrement pour démontrer la conformité des activités de préparation hors site à la norme ISO/IEC 17025, aux exigences du CCN et aux procédures du laboratoire.

*Note : L'installation qui effectue la préparation physique d'échantillons ne peut être accréditée pour cette seule activité, car les méthodes de préparation d'échantillons ne peuvent être accréditées de façon séparée par le CCN.

- 9.3.1 Les enregistrements des essais de dépistage périodiques effectués sur les matériaux concassés ou pulvérisés et des mesures prises à leur issue (s'il y a lieu) doivent être à la disposition du laboratoire accrédité, en format électronique ou papier. Ils doivent comprendre les critères d'acceptation, s'il y a lieu. Voir 8.1.2.
- 9.3.2 L'installation hors site de préparation physique d'échantillons a établi et mis en place une procédure d'utilisation et d'entretien des tamis pour la réduction d'échantillons; le laboratoire accrédité doit avoir accès à cette procédure.

9.4 Non-respect des critères spécifiques d'évaluation d'échantillons hors site

Si, au cours de l'évaluation, le laboratoire n'est pas en mesure de démontrer le respect de toutes les exigences relatives aux installations hors site, il devra en apporter la preuve en réponse aux constatations de l'évaluation. En se fondant sur les renseignements recueillis au cours de l'évaluation sur place du laboratoire ou de tout autre type d'évaluation, le CCN peut décider qu'une évaluation sur place de l'installation hors site de préparation d'échantillons est nécessaire. Le laboratoire peut choisir de demander au CCN d'effectuer une évaluation dans toutes les installations hors site de préparation physique d'échantillons ou dans des installations hors site représentatives, la totalité des frais engagés incombant au laboratoire.

9.5 Portée et rapports d'essais

La préparation physique d'échantillons hors site doit être clairement indiquée dans la portée d'accréditation des laboratoires d'analyse minérale qui auront choisi cette option. La partie « Notes » de la portée doit inclure un énoncé similaire à ce qui suit :

« La préparation physique des échantillons selon les méthodes d'essai accréditées telles qu'elles sont énumérées dans la portée d'accréditation peut être effectuée au laboratoire... (nom)... ou aux installations hors site de préparation physique d'échantillons dont les pratiques en matière de contrôle et d'assurance de la qualité sont régulièrement contrôlées. »

10. Références informatives

Voici une liste complète des référentiels recommandés (utiliser la version la plus récente) :

- Eurachem/CITAC Guide: Traceability in Chemical Measurement. A guide to achieving comparable results in chemical measurement
- Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics
- CITAC/Eurachem Guide: Guide to Quality in Analytical Chemistry. An Aid to Accreditation
- Eurachem/CITAC Guide: Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis
- Eurachem/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement.
- V J Barwick et E Prichard (éd.), Eurachem Guide: Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3
- ISO 3534-1:2006, Statistiques – Vocabulaires et symboles – Partie 1: Termes statistiques généraux et termes utilisés en calcul des probabilités
- ISO 5725-1:1994/Cor 1:1998, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 1: Principes généraux et définitions
- ISO 5725-2:1994/Cor 1:2002, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée

- ISO 5725-3:1994/Cor 1:2001, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée
- ISO 5725-4:1994, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée
- ISO 5725-5:1998/Cor 1:2005, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée
- ISO 5725-6:1994/Cor 1:2001, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude
- ISO 7870-1:2014, Cartes de contrôle – Partie 1: Lignes directrices générales
- ISO 7870-2:2013 Cartes de contrôle – Partie 2: Cartes de contrôle de Shewhart
- ISO 7870-3:2012, Cartes de contrôle – Partie 3: Cartes de contrôle pour acceptation
- ISO 7870-4:2011, Cartes de contrôle – Partie 4: Cartes de contrôle de l'ajustement de processus
- ISO 9000, Systèmes de management de la qualité – Principes essentiels et vocabulaire
- ISO Guide 30:2015, Matériaux de référence – Termes et définitions choisis
- ISO Guide 33:2015, Utilisation des matériaux de référence certifiés
- ISO 21748, Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétabilité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure
- ISO/IEC Guide 2:2004, Normalisation et activités connexes – Vocabulaire général
- ISO/IEC Guide 98-1:2009, Incertitude de mesure – Partie 1: Introduction à l'expression de l'incertitude de mesure
- ISO/IEC Guide 98-3:2008, Incertitude de mesure – Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)
- ISO/IEC Guide 99:2007, Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)
- ISO 13528, Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires
- ISO/IEC 17025, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais
- ISO/IEC 17043, Évaluation de la conformité – Exigences générales concernant les essais d'aptitude
- Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, (rapport technique) 1995 - Pure & Appl. Chem., vol. 67, no 4, pp. 649-666, 1995
- Harmonized Guidelines for Single-laboratory Validation of Methods of Analysis, (IUPAC Technical Report) 2002 - Pure Appl. Chem., vol. 74, no 5, pp. 835-855, 2002
- Nomenclature, Symbols, Units and Their Usage in Spectrochemical Analysis – II. Data Interpretation, (IUPAC) 1975- Pure & Appl. Chem. vol. 45, pp. 99-103, 1976
- Taylor, John K. (1987) Quality Assurance of Chemical Measurements. Chelsea, MI: Lewis Publishers, p.85, 1987

- ASTM Standard E178-08, 2008, “Standard Practice for Dealing with Outlying Observations”
- UKAS M3003, The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement, Edition 3, UKAS, Feltham, UK (2012)
- The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report) Prepared for publication by Michael Thompson, Stephen L.R. Ellison, Pure Appl. Chem., vol. 78, no 1, pp. 145-196, 2006
- AMC Technical Brief, Terminology – the key to understanding analytical science. Part 2: Sampling and sample preparation, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee AMCTB n° 19, mars 2005
- BIPM JCGM 200:2012, International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). (2012). (JCGM 200:2008 avec corrections mineures)
- V J Barwick et E Prichard (Ed.), Eurachem Guide: Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3 (2011)
- Eurachem/CITAC Guide CG4: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, (2012)
- Neubauer, Dean V. (Ed), (2010), MNL 7 Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis: 8th Edition
- ASTM Standard E2587–16, “Standard Practice for Use of Control Charts in Statistical Process Control”
- M.L. Jane Weitzel et Wesley M. Johnson (2013), Application of ISO/IEC 17025 Technical Requirements in Industrial Laboratories – Method Validation

– Fin du document –